

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-204473

(43)Date of publication of application : 04.08.1998

(51)Int.Cl.

C11B 9/00

A61K 7/46

C11B 9/02

(21)Application number : 09-024302

(71)Applicant : SHISEIDO CO LTD

(22)Date of filing : 22.01.1997

(72)Inventor : SHOJI TAKESHI
TANIDA MASAHIRO
NAKAMURA SHOJI

(54) MODIFIED VALERIAN ROOT OIL AND ITS PRODUCTION

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain the subject oil capable of developing fruity and woody aroma while retaining sedative effect without unpleasant odor and useful for cosmetics, products, etc., for oral cavities by treating valerian root oil containing a fatty acid with an alkali and removing the fatty acid.

SOLUTION: (A) Valerian root oil [e.g. essential oil obtained by subjecting rhizome of *Valeriana officinalis* L., *Valeriana fauriei* forma *yezoensis*, *Valeriana wallichii* D.C., etc., to steam distillation or solvent extraction] containing a fatty acid (A1) is subjected to alkali treatment to remove the component A1. The modified valerian root oil is readily and inexpensively obtained in $\geq 90\%$ high yield by dissolving the component A in an ether, adding sodium hydrogen carbonate aqueous solution thereto to extract the component A1, further adding sodium hydroxide aqueous solution thereto to extract the component A1 and drying the resultant ether layer with anhydrous magnesium sulfate, etc., and subjecting ether to distillation under reduced pressure.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2000 Japanese Patent Office

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平10-204473

(43)公開日 平成10年(1998)8月4日

(51)Int.Cl. ⁶	識別記号	F I
C 1 1 B 9/00		C 1 1 B 9/00 A
A 6 1 K 7/46	3 0 1	A 6 1 K 7/46 3 0 1
C 1 1 B 9/02		C 1 1 B 9/02

審査請求 未請求 請求項の数3 F D (全 5 頁)

(21)出願番号 特願平9-24302

(22)出願日 平成9年(1997)1月22日

(71)出願人 000001959

株式会社資生堂

東京都中央区銀座7丁目5番5号

(72)発明者 庄司 健

神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株
式会社資生堂第一リサーチセンター内

(72)発明者 谷田 正弘

神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株
式会社資生堂第一リサーチセンター内

(72)発明者 中村 祥二

神奈川県横浜市港北区新羽町1050番地 株
式会社資生堂第一リサーチセンター内

(74)代理人 弁理士 岩橋 祐司

(54)【発明の名称】 改質バレリアンオイル及びその製造方法

(57)【要約】

【課題】 不快臭のない良好な香気を発し、従来のバレリアンオイルと同等の以上の鎮静効果を有する改質バレリアンオイルを容易且つ安価に提供する。

【解決手段】 脂肪酸含有バレリアンオイルをアルカリ処理して脂肪酸を除去する。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 脂肪酸を含有するバレリアンオイルからアルカリ処理にて脂肪酸を除去したことを特徴とする改質バレリアンオイル。

【請求項2】 脂肪酸を含有するバレリアンオイルをアルカリ処理して脂肪酸を除去することを特徴とする改質バレリアンオイルの製造方法。

【請求項3】 請求項2記載の製造方法において、脂肪酸を含有するバレリアンオイルのエーテル溶液を炭酸水素ナトリウム水溶液及び水酸化ナトリウム水溶液で順次抽出して脂肪酸を除去し、エーテル層からエーテルを除去することを特徴とする改質バレリアンオイルの製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、改質バレリアンオイル及びその製造方法、特にその香気の改質に関する。

【0002】

【従来の技術】オミナエシ科 (Valerianaceae) のカノコソウ (Valeriana) 属に属するセイヨウカノコソウ (*Valeriana officinalis* L.) はバレリアン (Valerian) と呼ばれ、古くからヨーロッパではその根茎が鎮静作用のある薬草として飲用されてきた。また、これを水蒸気蒸留や溶剤抽出して精油 (バレリアンオイル) が採油されている。バレリアンオイルは、吸入による鎮静効果があることが知られており、香料やアロマセラピーなどで鎮静を目的として用いられる。

【0003】しかしながら、バレリアンオイルは全体としてウッディー・スパイシーな香りであるが、独特の不快感を伴っており、そのため、バレリアンオイルの嗜好性は低く、その香気の改良が望まれていた。バレリアンオイルの香気の改良方法としては、例えばバレリアンオイルを減圧蒸留し、80度以下の低沸点部を除去する方法が報告されている (特開平1-254628号公報)。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、本方法は加熱を伴うために香気成分、特に鎮静効果を有する成分の変性が懸念され、また、収率もそれほど高くないためにコスト上の問題があった。本発明は前記課題に鑑みなされたものであり、その目的は、バレリアンオイルの香気の改質、特に不快感が無く、全体として調和のとれた好ましい香気を発し、且つ鎮静効果も従来のバレリアンオイルと同等以上に有する改質バレリアンオイル、ならびにこのような改質バレリアンオイルを容易且つ安価に製造する方法を提供することにある。

【0005】

【課題を解決するための手段】本発明者らは、前記目的を達成するために鋭意検討を行った結果、バレリアンオイルをアルカリ処理して脂肪酸等の酸性成分を除去する

ことにより、鎮静効果を損なうことなくその香気のみが著しく改善された改質バレリアンオイルを高収率で得られることを見出し、本発明を完成するに至った。すなわち、本発明にかかる改質バレリアンオイルは、脂肪酸を含有するバレリアンオイルからアルカリ処理にて脂肪酸を除去したことを特徴とする。

【0006】また、本発明にかかる改質バレリアンオイルの製造方法は、脂肪酸を含有するバレリアンオイルをアルカリ処理して脂肪酸を除去することを特徴とする。なお、前記製造方法において、脂肪酸を含有するバレリアンオイルのエーテル溶液を炭酸水素ナトリウム水溶液及び水酸化ナトリウム水溶液で順次抽出して脂肪酸を除去し、エーテル層からエーテルを除去することが好適である。

【0007】

【発明の実施の形態】本発明にかかる改質バレリアンオイルは、バレリアンオイルからアルカリ処理によって脂肪酸を含む酸性成分を除去することにより得ることができる。本発明の改質バレリアンオイルの原料となるバレリアンオイルとしては、セイヨウカノコソウや、その近縁種であるカノコソウ (*Valeriana officinalis* L. var *latifolia* Miq. (*V. japonica* Makino))、エソカノコソウ (*V. fauriei* forma *yezoensis*)、インドカノコソウ (*V. wallichii* D.C.) 等の根茎等から公知の方法、例えば水蒸気蒸留や溶媒抽出等の方法で得た精油を用いることができる。また、これらセイヨウカノコソウ及びその近縁種から採油された精油がバレリアンオイル (Valerian oil) やカノコソウ油、吉相根油 (Kesso root oil, *Japanese valerian oil*) として市販されており、これらは日本産、中国産、欧州産等産地に関わらず用いることができる。何れにしても本発明の原料となるバレリアンオイルは、少なくとも1種以上、通常数種類以上の脂肪酸を含んでおり、特に酢酸やイソ吉草酸を含む。

【0008】本発明の改質バレリアンオイルの製造方法としては、まず、このような脂肪酸含有バレリアンオイルを有機溶媒、好ましくはエーテルに溶解し、これにアルカリ水溶液を加えて抽出操作を行い、脂肪酸を含む酸性成分を抽出除去する。アルカリ水溶液としては、通常抽出操作で汎用されるものであれば無機塩基、有機塩基を問わず用いることができるが、好ましくは炭酸水素ナトリウム水溶液、水酸化ナトリウム水溶液であり、特に炭酸水素ナトリウム水溶液で抽出後、さらに水酸化ナトリウム水溶液で抽出することが好ましい。得られた有機溶媒層を無水硫酸マグネシウム等で乾燥後、有機溶媒を減圧留去し、脂肪酸が除去されたバレリアンオイル (改質バレリアンオイル) を得る。なお、本発明の方法によれば改質バレリアンオイルを約90%以上の高収率で得ることができる。

【0009】本発明の改質バレリアンオイルは、不快感が全くない、フルーティ・ウッディータイプの良好な香

気を有している。しかも、その鎮静効果はアルカリ処理によって損なわれることがなく、処理前のバレリアンオイルと同等以上の効果を有する。従って、本発明によれば不快臭のために低かったバレリアンオイルの嗜好性を著しく高めることができる。また、本発明によればこのような改質バレリアンオイルを容易且つ安価に製造することが可能であり、有用性の高い改質バレリアンオイルを提供できる。

【0010】本発明の改質バレリアンオイルの用途としては賦香や鎮静効果を目的として、これらの効果を要するあらゆる用途に用いることが可能である。例えば、香水等のフレグランス製品、室内芳香剤等の芳香製品、クリーム、乳液、化粧パウダー、ボディーローション、ボディーオイル、ボディーソープ等の化粧品、トニック、ムース、ヘアスプレー、シャンプー、リンス等の頭髮製品、デオドラント製品、歯磨きや口腔清浄剤等の口腔用製品、エアゾール製品等が例示されるが、特にこれらに限定されるものではない。また、アロマセラピーや吸入用医薬品としても有用である。また、バレリアン自体が古くから鎮静効果のある生薬として経口的に用いられてきたことから、経口薬や食品として、あるいはこれらの賦香成分として用いることも考えられる。以下、具体例

を上げて本発明をさらに詳述するが、本発明はこれらに限定されるものではない。なお、各試験方法は後述する方法に従って行ったものである。

【0011】下記表1は市販のバレリアンオイル (Valerian root oil) ならびに前記バレリアンオイルをアルカリ処理して得られた改質バレリアンオイル (後述実施例1) について、気-液クロマトグラフィー (GLC) 及びガスクロマトグラフィー-質量分析 (GC-MS) にて分析した結果を示している。

【0012】表1を見ると、バレリアンオイルはイソ吉草酸 (ピークNo. 11) の他、酢酸 (7) といった脂肪酸を含んでいる。これに対し、アルカリ処理して得られた改質バレリアンオイルでは、これら脂肪酸が完全に除去されていることがわかる。そして、アルカリ処理によって、処理前のバレリアンオイルが有していた不快臭は全くなり、パイン様で透明感のあるフレッシュなフルーティ・ウッディタイプの非常に好ましい香りとなった。また、アルカリ処理したバレリアンオイルは、処理前のバレリアンオイルと同等以上の鎮静効果を有していた。

【0013】

【表1】

ピーク面積 (%) *			
ピークNo.	成分	バレリアンオイル (処理前)	改質バレリアンオイル (実施例1)
1	α -ピネン	9.19	8.00
2	カンフェン	17.46	18.59
3	β -ピネン	6.73	5.17
4	β -ミルセン	0.41	0.29
5	リモネン	2.83	2.16
6	p-シメン	0.84	0.76
7	酢酸	0.25	-
8	α -テルピレン	0.24	-
9	l-ボルニル アセート	29.35	34.24
10	β -カリオフィレン	2.28	2.12
11	イソ吉草酸	0.89	-
12	ミルテニル アセート	0.61	0.59
13	l-ボルネオール	2.32	2.05
14	β -ピネン アセート	0.58	0.54
15	ar-クルクメン	4.85	4.66
16	ヴァレラノン	1.10	1.18

*ピーク面積において、-は検出不能を意味する。

【0014】

【実施例】以下、実施例を挙げて本発明をさらに詳細に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

実施例1 アルカリ処理による改質バレリアンオイルの製造

市販バレリアンオイル (Valerian root oil: 山本香料 (株)) 20 g にジエチルエーテル 200 ml を加えて

溶解した。飽和炭酸水素ナトリウム水溶液100mlで抽出を3回行った。さらに、得られたエーテル層に対して5%水酸化ナトリウム水溶液100mlで抽出を3回行った。得られたエーテル層を無水硫酸マグネシウムで乾燥後、ジエチルエーテルをロータリーエバポレーターにて減圧留去し、改質バレリアンオイル18.3g(収率91.5%)を得た。

【0015】試験例1 成分分析

上記実施例1のアルカリ処理前後のバレリアンオイルについてGLC、GC-MSにより成分分析を行ったところ、前記表1に示したように、アルカリ処理により、処理前のバレリアンオイル中の酢酸(ピークNo.7)、イソ吉草酸(11)といった脂肪酸が完全に除去された。なお、GLC、GC-MSの測定条件は次の通り。

<GLC測定条件>

機種;Hewlett-Packard 5890

カラム;HP-INNOWax(60m×0.25mm)

カラム温度;60→240℃(5℃/min昇温)

キャリアーガス;He(1.0ml/min)

検出器;FID

<GC-MS測定条件>

機種;Hewlett-Packard G1800A

カラム;HP-INNOWax(60m×0.25mm)

カラム温度;60→230℃(5℃/min昇温)

キャリアーガス;He(1.0ml/min)

【0016】試験例2 香気官能試験

上記実施例1で製造した改質バレリアンオイル、ならびに原料として用いたバレリアンオイル(処理前)の香気を専門パネル10名によって評価した。なお、評価基準は以下の通り。

<評価基準>

◎…10名中9名以上が不快臭がないと評価した。

○…10名中6～8名が不快臭がないと評価した。

△…10名中3～5名が不快臭がないと評価した。

×…10名中3名以下が不快臭がないと評価した。

【0017】

【表2】

バレリアンオイル	官能評価
改質バレリアンオイル (実施例1)	◎(パイン様でフレッシュなフルーティ・ウッディノート)
バレリアンオイル (処理前)	×(不快臭あり)

【0018】上記表2から明らかなように、処理前のバレリアンオイルが不快臭を有していたのに対し、アルカリ処理によって脂肪酸等の酸性成分が除去された改質バレリアンオイルの香気は、不快臭が全くなく、パイン様で透明感のあるフレッシュなフルーティ・ウッディタイプの香りで、処理前のバレリアンオイルに比べて非常に好ましい香りであった。このことから、従来のバレリアンオイルの不快臭は、バレリアンオイルに含まれている脂肪酸の酸臭が一因であったと推察される。

【0019】試験例3 ペントバルビタール睡眠時間延長作用

アルカリ処理前後のバレリアンオイルの吸入による鎮静効果をマウスを用いたバルビタール睡眠延長作用によ

て評価した。すなわち、ICR系雄性マウス(6～7週齢、体重30～35g)に、実施例1の改質バレリアンオイル又は処理前のバレリアンオイルを含む空気流(各オイルを5%含有するクエン酸トリエチル溶液20mlを50mlガラスバイアルに封入し、乾燥空気を0.2～0.3ml/minの流速で吹き込んで、バブリングして発生させた)を4時間吸入させた群と、吸入を行わなかった群(コントロール)のペントバルビタール睡眠時間(55mg/kg腹注)を測定し、その差を比較した。なお、各群6匹で試験を行った。

【0020】

【表3】

試験群	平均睡眠時間変化(%)*
バレリアンオイル(処理前)吸入群	167
改質バレリアンオイル(実施例1)吸入群	178

*コントロール(未吸入群)の平均睡眠時間を100%とした場合の値。100以上の値は睡眠時間が延長したことを示す。

【0021】表3から明らかなように、アルカリ処理したバレリアンオイルは、未処理のバレリアンオイルと同等以上の睡眠時間延長作用を有しており、アルカリ処理によってバレリアンオイルの鎮静効果が損なわれないことが示された。

【0022】

【発明の効果】本発明によれば、バレリアンオイルをアルカリ処理して脂肪酸を含む酸性成分を除去することにより、その香気が非常に改善され、しかも従来のバレリアンオイルと同等以上の鎮静効果を有する改質バレリアンオイルを容易且つ安価に得ることができる。